

**This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

**Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.**

**Defects in the images may include (but are not limited to):**

- **BLACK BORDERS**
- **TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- **FADED TEXT**
- **ILLEGIBLE TEXT**
- **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- **COLORED PHOTOS**
- **BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS**
- **GRAY SCALE DOCUMENTS**

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-335242

(43) 公開日 平成11年(1999)12月7日

(51) Int.Cl.<sup>8</sup>

識別記号

F I

A 6 1 K 7/043  
7/00

A 6 1 K 7/043  
7/00

J

審査請求 未請求 請求項の数4 F D (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平10-155365

(22) 出願日 平成10年(1998)5月20日

(71) 出願人 000002060

信越化学工業株式会社

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

(72) 発明者 桑田 敏

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10

信越化学工業株式会社シリコン電子材料

技術研究所内

(72) 発明者 井口 良範

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10

信越化学工業株式会社シリコン電子材料

技術研究所内

(54) 【発明の名称】 美爪料

(57) 【要約】

【課題】 異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体が配合され、伸展性、使用感や安定性に優れた美爪料を提供すること。

【解決手段】 異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体を含有することを特徴とする美爪料である。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体を含有することを特徴とする美爪料。

【請求項2】 前記の複合粉体が、a) ビニル基含有オルガノポリシロキサンとb) オルガノハイドロジェンポリシロキサンとを含む油系の中油型乳化物に触媒を加えて硬化反応させ、球状シリコーンゴム硬化物微粒子の水分散液とした後、その水分散液にアルカリ性物質またはアルカリ性水溶液とオルガノトリアルコキシシランを添加し、オルガノトリアルコキシシランを加水分解、縮合硬化反応させた後、乾燥させて得られる球状シリコーンゴム硬化物微粒子にポリオルガノシルセスキオキサン硬化物を被覆した複合粉体であることを特徴とする請求項1記載の美爪料。

【請求項3】 前記球状シリコーンゴム硬化物微粒子分散液の球状シリコーンゴム硬化物微粒子の平均粒径が、0.1～100 $\mu$ mであることを特徴とする請求項1～2のいずれかに記載の美爪料。

【請求項4】 前記の複合粉体の配合量が0.01～20重量%であることを特徴とする、請求項1～3のいずれかに記載の美爪料。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、美爪料において、異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体を含有することにより、経時安定性の優れた、使用感、使用性を向上させた美爪料に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】一般に美爪料には、皮膜形成剤、樹脂、可塑剤、溶剤等の他に、メーキャップ効果を付与するため、酸化チタン、マイカ、雲母チタン等の無機顔料やパール光沢剤等が配合されている。ところが、無機顔料やパール光沢剤等は、比重が大きいため、経時的に沈降等の問題を起こし、その結果、外観、化粧効果、使用性に影響を及ぼし、品質低下の原因となる。美爪料では、このような比重の大きな物質の沈降を防止し、経時安定性を向上するために有機変性粘土鉱物を配合したり、無機酸や有機酸を添加する等、種々検討されている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかし、有機変性粘土鉱物は顔料沈降防止効果は有するものの、多量に配合すると、塗膜のツヤの低下や、粘性が高くなることによる塗りにくさ等の使用性が悪くなることから、量的に制限があり、十分な効果が得られるものではなかった。又、無機酸や有機酸を美爪料に添加する方法は、顔料沈降を防止する効果は有するが、有機顔料の変褪色を助長したり、フィルム物性の低下を生じる等、不都合が生じ、満足できるものがなかった。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者は、上記課題を

解決するために鋭意研究を行なった結果、流動性に優れ、凝集性が少なく分散性に優れている異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体を美爪料に配合することにより、塗布のしやすさやのび広がり等の使用性、使用感、さらに経時安定性の良好な美爪料が得られることを見出し、本発明を完成するに至った。すなわち、本発明は、異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体を配合することを特徴とする美爪料に関するものである。

【0005】以下、本発明について詳細に説明する。

【0006】本発明に使用される成分(A)の複合粉体は、a) ビニル基含有オルガノポリシロキサンとb) オルガノハイドロジェンポリシロキサンとを含む油系の中油型乳化物に触媒を加えて硬化反応させ、球状シリコーンゴム硬化物微粒子分散液とした後、その水分散液にアルカリ性物質またはアルカリ性水溶液とオルガノトリアルコキシシランを添加し、オルガノトリアルコキシシランを加水分解、縮合硬化反応させた後、乾燥させて得られる球状シリコーンゴム硬化物微粒子にポリオルガノシルセスキオキサン硬化物を被覆した複合粉体である。この複合粉体の製造法については特開平7-196815号公報に従えばよい。前記球状シリコーンゴム硬化物微粒子分散液の球状シリコーンゴム硬化物微粒子の平均粒径は、使用感、使用性において0.1～100 $\mu$ mが好ましい。本発明の美爪料中、この複合粉体の配合量は、効果の発現及び使用性において、0.01～20重量%（以下、単に「%」で示す。）が好ましく、更に好ましくは、0.05～10%である。配合量が0.01%より少ないと、美爪料に配合した効果が現われず、20重量%より多いと、経時安定性が確保できないなど、不都合が起こり好ましくない。又、この複合粉体は必要に応じて一種、又は二種以上用いることができる。

【0007】本発明の美爪料には、本発明の効果を妨げない範囲で通常の化粧料に使用される皮膜形成剤、樹脂、可塑剤、溶剤、顔料、パール光沢剤、粉体、有機変性粘土鉱物、油性高分子、界面活性剤、水、アルコール類、水溶性高分子、固体、半固体、液状の油剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、美肌用成分、包接化合物、香料、保湿剤、防腐剤、殺菌剤、清涼剤等を添加することができる。

【0008】本発明において、美爪料とは、トルエン含有の一般のネイルエナメル、トルエンフリーのネイルエナメル、水系のネイルエナメル、エナメルトップコート、エナメルベースコート、及びリムーバー等、種々の剤型を選択することができる。

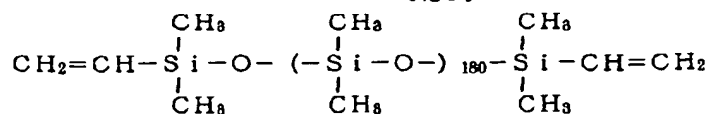
## 【0009】

【実施例】以下に、本発明を実施例を挙げて説明するが、本発明は、これらによって何ら限定されるものではない。

【0010】（製造例1）次の化学式（1）

【0011】

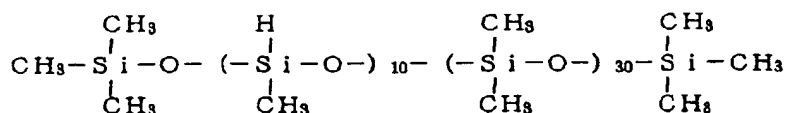
【化1】



【0012】で示される25℃における粘度が600cStのメチルビニルシロキサン500gと、次の化学式(2)

【0013】

【化2】



【0014】で示される25℃における粘度が30cStのメチルヒドロジェンポリシロキサン20gを、1リットルのガラスビーカーに仕込み、ホモキサーを用いて2,000rpmで攪拌混合した後、ポリオキシエチレン(付加モル数;9モル)オクチルフェニルエーテル1g、水150gを加えて6,000rpmで攪拌、転相してから更に2,000rpm攪拌下、水329gを加え、O/W型エマルジョンを得た。

【0015】このO/W型エマルジョンを錨型攪拌翼による攪拌装置の付いたガラスフラスコに移し、室温で攪拌下、塩化白金酸-オレフィン錯体のトルエン溶液(白金含有量0.05%)1gと、ポリオキシエチレン(付加モル数;9モル)オクチルフェニルエーテル1gの混合物を添加、12時間硬化反応を行ない、球状シリコーンゴム硬化物微粒子分散液を得た。この分散液中の球状シリコーンゴム硬化物微粒子の平均粒径をコールターカウンター(コールターエレクトロニクス社製)を用いて測定したところ、15μmであった。

【0016】次に、この球状シリコーンゴム硬化物微粒子分散液580g、水2,290g、及びアンモニア水(濃度28重量%)60gを3リットルのガラスフラスコに仕込み、10℃、200rpmの条件で錨型攪拌翼により攪拌を行ない、メチルトリメトキシシラン65gを20分かけて滴下した。液温5~15℃で4時間攪拌、更に55~60℃で1時間攪拌して得られた液を加圧濾過器を用いて水約30%のケーキ状物とし、更に熱風循環乾燥機中で105℃で乾燥した後、ジェットミルで解砕して複合粉体を得られた。

【0017】この複合粉体を界面活性剤を用いて水に分散させ、その平均粒径をコールターカウンターで測定したところ、15μmであった。又、この複合粉体は、重量分析により、球状シリコーンゴム硬化物微粒子100重量部に対してポリオルガノシルセスキオキサン硬化物

が10重量部被覆されたものであった。

【0018】(製造例2)前記した製造例1のメチルトリメトキシシラン65gをメチルトリメトキシシラン55gとアグリシドキシプロピルトリメトキシシラン10gの混合物としたほかは、製造例1と同様にして複合粉体を作成した。この複合粉体を界面活性剤を用いて水に分散させ、その平均粒径をコールターカウンターで測定したところ、15μmであった。又、この複合粉体は、重量分析により、球状シリコーンゴム硬化物微粒子100重量部に対してポリオルガノシルセスキオキサン硬化物が11重量部被覆されたものであった。

【0019】(製造例3)前記した製造例1におけるO/W型エマルジョン作成時に使用したポリオキシエチレン(付加モル数;9モル)オクチルフェニルエーテルを5gとし、製造例1と同様にして球状シリコーンゴム硬化物微粒子分散液を得たが、この分散液中の球状シリコーンゴム硬化物微粒子の平均粒径はコールターカウンターを用いて測定したところ、3μmであった。この球状シリコーンゴム硬化物微粒子分散液を用いて、製造例1と同様にして複合粉体を作成した。この複合粉体を界面活性剤を用いて水に分散させ、その平均粒径をコールターカウンターで測定したところ、3μmであった。又、この複合粉体は、重量分析により、球状シリコーンゴム硬化物微粒子100重量部に対してポリオルガノシルセスキオキサン硬化物が10重量部被覆されたものであった。

【0020】実施例1及び比較例1~3:美爪料表1に示す各組成の美爪料を製造し、その使用性、使用感及び粘度変化や経時安定性について下記の方法より評価を行った。その結果も併せて表1に示す。

【0021】

【表1】

成 分	実施例1 %	比較例1 %	比較例2 %	比較例3 %
1 ニトロセルロース	10.0	10.0	10.0	10.0
2 アルキッド樹脂	13.0	13.0	13.0	13.0
3 アクリル樹脂	7.0	7.0	7.0	7.0
4 クエン酸アセチルトリブチル	3.0	3.0	3.0	3.0
5 d1-カンファー	0.5	0.5	0.5	0.5
6 イソプロパノール	5.0	5.0	5.0	5.0
7 酢酸エチル	9.5	9.5	9.5	9.5
8 酢酸ブチル	残 量	残 量	残 量	残 量
9 n-ブタノール	3.0	3.0	3.0	3.0
10 トルエン	18.0	18.0	18.0	18.0
11 酸化チタン	1.0	1.0	1.0	1.0
12 雲母チタン	2.0	2.0	2.0	2.0
13 複合粉体 (製造例1)	2.0	-	-	-
14 ポリメチルシルセスキオキサン粉末 (* 1)	-	2.0	-	-
15 疎水化シリカ	-	-	2.0	-
16 ナイロン粉末	-	-	-	2.0
17 有色着色顔料	3.0	3.0	3.0	3.0

## 評価項目

使用時の塗布のしやすさ  
のび広がり  
塗布時のなめらかさ  
光沢  
持ちの良さ  
粘度変化  
経時安定性  
総合評価

◎    △    ○    ○  
◎    ○    △    △  
◎    △    △    ○  
◎    ○    △    ○  
◎    △    ×    ×  
◎    ◎    ○    △  
◎    ◎    ×    ×  
◎    △    ×    ×

【0022】\*1: ポリメチルシルセスキオキサン粉末; トスパール3120 (球状、平均粒径12 $\mu$ m、東芝シリコン社製)

【0023】(製造方法)

A: 成分1~17を均一混合し、容器に詰めて美爪料を得る。

【0024】(評価方法) 女性50名の専門パネルにより使用テストを行ない、塗布のしやすさ、のび広がり、塗布後のなめらかさ、光沢、そして化粧持ちの良さについて以下の基準で評価を行ない、その平均点で判定した。

【評価基準】

5点: 非常に良好  
4点: 良好  
3点: 普通  
2点: やや不良  
1点: 不良

【判定】

◎: 平均点4.5以上  
○: 平均点3.5以上4.5未満  
△: 平均点2.5以上3.5未満  
×: 平均点2.5未満

【0025】粘度変化に関しては、B型粘度計にて、各

美爪料製造直後と翌日の粘度を測定し、その変化度合を観察、経時安定性に関しては、各美爪料を40℃の恒温槽に1ヵ月放置後、酸化チタン、雲母チタン、及び有色着色顔料の沈降の有無を観察し、以下の基準で評価を行った。

【評価基準】

粘 度                      経時安定性  
◎: 変化なし                      ◎: 沈降なし  
○: ほとんど変化なし                      ○: ほとんど沈降なし  
△: 少し増粘し悪化                      △: 少し沈降あり  
×: 増粘し、悪化                      ×: はっきり沈降あり

【0026】表1の結果より明らかなように、本発明の複合粉体を配合した実施例1の美爪料は、比較例1に比べ、塗布のしやすさ、なめらかさ、化粧持ちの良さなどの使用性に優れていることがわかった。又、比較例2及び3に比べては、のび広がりや化粧持ち等の使用性に優れており、粘度変化のない経時安定性に非常に優れたものであることがわかった。

【0027】実施例2~3: 美爪料

次の表2に示す各組成の美爪料を製造し、その使用性について評価した。

【0028】

【表2】

成 分	実施例2	実施例3
	%	%
1 アクリル酸メチル・スチレン共重合体	12.5	12.5
2 アルキッド樹脂 (*1)	20.0	—
3 トルエンスルホアミド樹脂 (*2)	—	10.0
4 酢酸エチル	9.0	9.0
5 酢酸ブチル	10.0	20.0
6 n-ブタノール	3.0	3.0
7 トルエン	残 量	残 量
8 酸化チタン	1.0	1.0
9 雲母チタン	2.0	2.0
10 複合粉体 (製造例2)	2.0	2.0
11 有色着色顔料	3.0	3.0

【0029】\*1: アルキッド樹脂; ベッコゾールDB-174 (大日本インキ社製)

\*2: (注3) トルエンスルホアミド樹脂; ケッチンフレックスMH (ライオンアクゾ社製)

【0030】(製造方法) 成分1~11を均一に混合し、容器に詰めて美爪料を得る。

【0031】以上のようにして得られた本発明品の美爪料は、塗布しやすく、のび広がり良く、なめらかでツヤがあり、化粧持ちに優れたもので、又、粘度変化のない経時安定性に非常に優れたものであった。

【0032】

#### 実施例4: 水系美爪料

(成分)	(%)
1. スチレン・アクリル酸共重合体 (*1)	40.0
4. エタノール	10.0
3. 中和剤	適 量
4. カルビトール	適 量
5. 可塑剤	適 量
6. 消泡剤	適 量
7. 防腐剤	適 量
8. 香料	適 量
9. 精製水	残 量
10. 複合粉体 (製造例3)	1.0
11. 有色着色顔料	3.0

【0033】\*1: スチレン・アクリル酸共重合体; ジョンクル 68 (ジョンソンポリマー社製)

【0034】(製造方法) 成分1~11を均一に混合し、容器に詰めて美爪料を得る。

【0035】以上のようにして得られた本発明品の水系美爪料は、塗布しやすく、のび広がり良く、なめらかでツヤがあり、化粧持ちに優れたもので、又、粘度変化

のない経時安定性に非常に優れたものであった。

【0036】

【発明の効果】本発明に用いられる異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体は、流動性に優れ、凝集性が少なく分散性に優れているため、これを配合する本発明の美爪料は、塗布のしやすさやのび広がり等の使用性、使用感に優れ、経時安定性の良好なものである。